

10/512022
10 Rec'd PCT/JP03 19 OCT 2004
CT/JP03/04863

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

17.04.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office

出願年月日
Date of Application:

2002年 4月19日

RECD 13 JUN 2003

WPO PCT

出願番号
Application Number:

特願2002-118281

[ST.10/C]:

[JP2002-118281]

出願人
Applicant(s):

コマツ電子金属株式会社

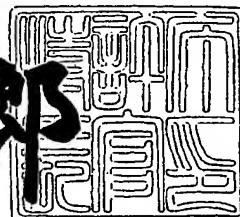
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月27日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



BEST AVAILABLE COPY 出証番号 出証特2003-3038910

【書類名】 特許願

【整理番号】 AP010050

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 29/06
C30B 15/36
C30B 33/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目25番1号 コマツ電子金属株式会社内

【氏名】 飯田 哲広

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目25番1号 コマツ電子金属株式会社内

【氏名】 白石 裕

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目25番1号 コマツ電子金属株式会社内

【氏名】 末若 良太

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目25番1号 コマツ電子金属株式会社内

【氏名】 富岡 純輔

【特許出願人】

【識別番号】 000184713

【氏名又は名称】 コマツ電子金属株式会社

【代理人】

【識別番号】 100071054

【弁理士】

【氏名又は名称】 木村 高久

【代理人】

【識別番号】 100106068

【弁理士】

【氏名又は名称】 小幡 義之

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006460

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶シリコンの製造方法、単結晶シリコンウェーハの製造方法、単結晶シリコン製造用種結晶、単結晶シリコンインゴットおよび単結晶シリコンウェーハ

【特許請求の範囲】

【請求項1】 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、

<110>結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して傾斜された状態で当該種結晶を引き上げること

を特徴とする単結晶シリコンの製造方法。

【請求項2】 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、

<110>結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された種結晶を用意し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、単結晶シリコンを直径 d_1 まで徐々に絞る転位網除去工程と、

単結晶シリコンの直径を概ね d_1 に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/tan\theta$ だけ更に成長させるすべり転位除去工程と

を含むこと

を特徴とする単結晶シリコンの製造方法。

【請求項3】 <110>結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する向きは、その<110>結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求項1または2記載の単結晶シリコンの製造方法。

【請求項4】 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンインゴットに成長させ、この単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより単結晶シリコンウェーハを製造する単

結晶シリコンウェーハの製造方法において、

<110>結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された状態で当該種結晶を引き上げ单結晶シリコンインゴットに成長させる引上げ工程と、

前記单結晶シリコンインゴットを、<110>結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして单結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする单結晶シリコンウェーハの製造方法。

【請求項5】 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより单結晶シリコンインゴットに成長させ、この单結晶シリコンインゴットをスライスすることにより单結晶シリコンウェーハを製造する单結晶シリコンウェーハの製造方法において、

<110>結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された種結晶を用意し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、单結晶シリコンを直径 d_1 まで徐々に絞る転位網除去工程と、

单結晶シリコンの直径を概ね d_1 に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/tan\theta$ だけ更に成長させるすべり転位除去工程と、

更に前記種結晶を引き上げ单結晶シリコンインゴットを製造するインゴット製造工程と、

前記单結晶シリコンインゴットを、<110>結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして单結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする单結晶シリコンウェーハの製造方法。

【請求項6】 <110>結晶方位が種結晶の軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜する向きは、その<110>結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求項4または5記載の单結晶シリコンウェーハの製造方法。

【請求項7】 <110>結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する

所定角度 θ は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲であること

を特徴とする請求項4または5記載の単結晶シリコンウェーハの製造方法。

【請求項8】 CZ法で単結晶シリコンを製造するに際して使用される単結晶シリコン製造用種結晶であって、

$<110>$ 結晶方位が軸方向に対して傾斜してなること

を特徴とする単結晶シリコン製造用種結晶。

【請求項9】 $<110>$ 結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する向きは、その $<110>$ 結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の $<110>$ 結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求項8記載の単結晶シリコン製造用種結晶。

【請求項10】 CZ法により製造された単結晶シリコンインゴットであって、

$<110>$ 結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜してなること

を特徴とする単結晶シリコンインゴット。

【請求項11】 $<110>$ 結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜する向きは、その $<110>$ 結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の $<110>$ 結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求項10記載の単結晶シリコンインゴット。

【請求項12】 $<110>$ 結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して傾斜する所定角度 θ は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲であること

を特徴とする請求項10記載の単結晶シリコンインゴット。

【請求項13】 CZ法により製造された単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより取り出された単結晶シリコンウェーハであって、

$<110>$ 結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された単結晶シリコンインゴットを、 $<110>$ 結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして取り出されてなること

を特徴とする単結晶シリコンウェーハ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、単結晶シリコンを製造するに際してすべり転位を除去する方法、すべり転位を除去できる種結晶、すべり転位が除去された単結晶シリコンインゴット、単結晶シリコンウェーハに関するものである。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】

単結晶シリコンの製造方法の1つにCZ法がある。

【0003】

これは、単結晶引上げ用容器つまりCZ炉内に石英るつぼを設け、この石英るつぼ内で多結晶シリコンを加熱し溶融し、溶融が安定化すると、シードチャックに取り付けた種結晶を融液に浸漬し、シードチャックおよびるつぼを互いに同方向あるいは逆方向に回転しつつシードチャックを引上げ単結晶シリコンを成長させて単結晶シリコンインゴットを製造するというものである。

【0004】

CZ法で単結晶シリコンを成長させる際に避けられない問題の1つに「すべり転位」がある。すべり転位は、1次元の結晶欠陥であり、種結晶が融液に着液したときの熱応力に起因して発生し、一定の方向に沿って伝播する。

【0005】

すべり転位が、成長した単結晶シリコンに取り込まれると、この単結晶シリコンに基づき製作される半導体デバイスの品質を低下させることになる。このためすべり転位は、これを除去する必要がある。

【0006】

表面が{100}結晶面となっているシリコンウェーハ(<100>軸結晶)を製造する場合については、従来よりすべり転位を除去する技術が確立されている。すなわち<100>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように、種結晶を引き上げる際には、種結晶を融液に着液させた後に、単結晶シリコンの直径を徐々に絞るネッキング処理を施すことで、すべり転位を単結晶シリコンから容易に

除去することができる。

【0007】

しかし、表面が{110}結晶面となっているシリコンウェーハ(<110>軸結晶)を製造する場合、つまり<110>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように引き上げる場合には、すべり転位を除去することは困難であることが判明し、すべり転位を除去する技術は未だ確立されていない。

【0008】

<110>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように引き上げる場合には、ネッキング工程で、単結晶シリコンの径を相当絞ったとしても、結晶中心部に転位が残存し易く、半導体デバイス不良の要因になる。単結晶シリコンの径を<100>軸結晶を引き上げるときよりも相当細く絞らないと、すべり転位を除去することができない。

【0009】

ところが近年、大径のシリコンウェーハ製造の要請があり、大径で大重量の単結晶シリコンインゴットを、問題なく引き上げることが要求されており、単結晶シリコンの径を細く絞ったとすると、すべり転位はある程度除去されるものの、径が細すぎて大径、大重量の単結晶シリコンインゴットの引上げは不可能になるおそれがある。

【0010】

ここに磁場印加引上げ法(MCZ法)と呼ばれる技術がある。これは融液に磁場を印加することで融液の粘性を高くし、融液中の対流を抑制して安定した結晶成長を行うという方法である。

【0011】

磁場印加引上げ法を適用して融液に磁場を印加しつつ単結晶シリコンを引き上げる場合には、磁場を印加しない場合と比較して、単結晶シリコンの径を更に細くしなければ、すべり転位を除去することができない。単結晶シリコンの径を2.5mm程度まで細くしないとすべり転位を除去できないことが実験的に確かめられている。

【0012】

特開平9-165298号公報には、<110>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように引き上げるに際して、磁場印加法を適用して磁場を印加しつつ単結晶シリコンを引上げネッキング工程で径を2.0mm未満にして、すべり転位を除去せんとする発明が記載されている。

【0013】

しかし、この公報記載のものを、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを引き上げる場合に適用すると、ネッキング部の破断および結晶落下が生じるおそれがあるため、これを採用することはできない。

【0014】

また単結晶シリコンの径を単に絞るのではなく、特殊な形状にすることで、すべり転位を除去する技術が、外国公報U.S.P 4002523に記載されている。

この外国公報には、ネッキング工程で多段にわたり絞りを施して「バルジ形状」にすることで、すべり転位を除去せんとする技術が開示されている。

【0015】

しかしバルジ形状にすること自体は技術的に可能ではあるが、自動化させたプロセスでこれを行うことは実際には困難である。

【0016】

以上のような実状があることから、ネッキング処理（絞り処理）以外の手法ですべり転位を除去できるようにして、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを問題なく引き上げることができる技術が要求されている。

【0017】

またネッキング処理（絞り処理）以外の手法で、転位を含む欠陥を除去せんとする技術に関しては、以下のように従来より種々公知になっている。

特開昭57-17494号公報には、InSbなどの化合物半導体の単結晶を成長させるに際して、種結晶の引上げ方向を、<110>結晶方位に対して5~10度傾斜させた方向にして、同化合物半導体単結晶を引上げ、エッチピットを除去するとともに、不純物濃度を均一にさせるという発明が記載されている。

【0018】

しかし、この公報には、エッチピットを除去することに関して記載されてはい

るものの、すべり転位を除去することに関しては記載されていない。またこの公報記載の発明は、InSbなどの化合物半導体単結晶を対象とするものであり、シリコン単結晶を対象とするものではない。

【0019】

また特開平3-80184号公報には、同様にGaAsなどの化合物半導体の単結晶を成長させるに際して、種結晶の引上げ方向を、<001>結晶方位と<101>結晶方位との間の任意の方向にして、同化合物半導体単結晶を引上げ、成長方向に真っ直ぐに伝播する軸上転位を除去するという発明が記載されている。

また、この公報には、化合物半導体で発生するすべり転位に関して、「不純物を添加することによってその発生を低減できる」という記載がある。

【0020】

このように、この公報には、GaAsなどの化合物半導体で発生するすべり転位を不純物添加によって除去することに関して記載されてはいるものの、単結晶シリコンで発生するすべり転位を除去する技術に関しては記載されていない。

【0021】

本発明はこうした実状に鑑みてなされたものであり、CZ法で種結晶を引上げ単結晶シリコンを成長させるに際して、<100>軸結晶と同様の太い径ですべり転位を除去できるようにすることによって、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを引き上げができるようにすることを解決課題とするものである。

【0022】

【課題を解決するための手段および効果】

第1発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、<110>結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して傾斜された状態で当該種結晶を引き上げること

を特徴とする。

【0023】

第2発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、
 $<110>$ 結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された種結晶を用意し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、単結晶シリコンを直径 d_1 まで徐々に絞る転位網除去工程と、

単結晶シリコンの直径を概ね d_1 に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/t \tan \theta$ だけ更に成長させるすべり転位除去工程と
 を含むこと

を特徴とする。

【0024】

第3発明は、第1発明または第2発明において、

$<110>$ 結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜する向きは、その $<110>$ 結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の $<110>$ 結晶方位を回転軸として回転する向きであること
 を特徴とする。

【0025】

第4発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンインゴットに成長させ、この単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより単結晶シリコンウェーハを製造する単結晶シリコンウェーハの製造方法において、

$<110>$ 結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された状態で当該種結晶を引き上げ単結晶シリコンインゴットに成長させる引上げ工程と、

前記単結晶シリコンインゴットを、 $<110>$ 結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする。

【0026】

第5発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンインゴットに成長させ、この単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより単結晶シリコンウェーハを製造する単結晶シリコンウェーハの製造方法において、

$<110>$ 結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された種結晶を用意し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、単結晶シリコンを直径 d_1 まで徐々に絞る転位網除去工程と、

単結晶シリコンの直径を概ね d_1 に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/t \tan \theta$ だけ更に成長させるすべり転位除去工程と、

更に前記種結晶を引き上げ単結晶シリコンインゴットを製造するインゴット製造工程と、

前記単結晶シリコンインゴットを、 $<110>$ 結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする。

【0027】

第6発明は、第4発明または第5発明において、

$<110>$ 結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜する向きは、その $<110>$ 結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の $<110>$ 結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする。

【0028】

第7発明は、第4発明または第5発明において、

$<110>$ 結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する所定角度 θ は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲であること

を特徴とする。

【0029】

第8発明は、CZ法で単結晶シリコンを製造するに際して使用される単結晶シリコン製造用種結晶であって、

<110>結晶方位が軸方向に対して傾斜してなる単結晶シリコン製造用種結晶であることを特徴とする。

【0030】

第9発明は、第8発明において、

<110>結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する向きは、その<110>結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする。

【0031】

第10発明は、

CZ法により製造された単結晶シリコンインゴットであって、

<110>結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜してなる単結晶シリコンインゴットであることを特徴とする。

【0032】

第11発明は、第10発明において、

<110>結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜する向きは、その<110>結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする。

【0033】

第12発明は、第10発明において、

<110>結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して傾斜する所定角度 θ は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲である単結晶シリコンインゴットであることを特徴とする。

【0034】

第13発明は、

CZ法により製造された単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより取り出された単結晶シリコンウェーハであって、

$<110>$ 結晶方位が軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜された単結晶シリコンインゴットを、 $<110>$ 結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして取り出されてなる単結晶シリコンウェーハであることを特徴とする。

【0035】

第1発明、第4発明、第8発明、第10発明、第13発明によれば、図2、図3に示すように、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向8が軸方向9に対して傾斜するように、 $<110>$ 結晶方位10が軸方向9に対して所定角度 θ だけ傾斜している種結晶1を用いて単結晶シリコンが製造される。

【0036】

上記種結晶1を用いて単結晶シリコンが引上げられると、すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し傾斜して伝播するため、すべり転位5がいずれ単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このためネッキング工程で単結晶シリコンの径を $<100>$ 軸結晶と同程度に絞れば、結晶中心部のすべり転位が容易に除去される。この結果、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを引き上げることができる。

【0037】

第2発明、第5発明によれば、図1に示すようにすべり転位除去部4にて、単結晶シリコンの直径が概ね d_1 に維持されつつ、少なくとも長さ $d_1/\tan\theta$ だけ成長される。

【0038】

すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し所定角度 θ だけ傾斜して伝播するため、長さ $d_1/\tan\theta$ だけ単結晶シリコンを成長させると、すべり転位5は単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このように長さが少なくとも $d_1/\tan\theta$ のすべり転位除去部4で、すべり転位5が単結晶シリコンから除去される。この後は、無転位の単結晶成長工程に移行する。

【0039】

第3発明、第6発明、第9発明、第11発明によれば、図2、図6に示すように、<110>結晶方位10が、その<110>結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位13を回転軸として回転する向き11に傾斜される。この結果、結晶方位を検出する際にX線の回折面として使用する{220}面は、他の<100>軸結晶や<111>軸結晶における{220}面と平行な位置関係になるので、他の<100>軸結晶や<111>軸結晶で使用されている通常の加工装置をそのまま共用することができる。このためオリエンテーションフラットやノッチの加工に要するコストを抑えることができる。

【0040】

第7発明、第12発明によれば、<110>結晶方位10が軸方向9に対して傾斜する所定角度θは、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲とされる。

【0041】

すなわち傾斜角度θが小さく浅いと、図1に示すすべり転位除去部4が長くなるので、CZ炉の高さには制限があることから引き上げられる単結晶シリコンの長さは、短くなる。また転位除去部4が長くなればなる程、製品とはならない部分の引上げに時間を使い生産効率が損なわれる。このため傾斜角度θは、単結晶シリコンの引上げ工程を考慮すると、大きい程よい。

【0042】

これに対して傾斜角度θが大きくなればなる程、図4に示すように、有用な単結晶シリコンウェーハ30以外の無駄な部分20a（斜線で示す）が大きくなり、歩留まりが低下する。このため傾斜角度θは、インゴット20をスライスする工程を考慮すると、小さいほどよい。

【0043】

したがって単結晶シリコンの引上げとインゴット20のスライスの両方を考慮したとき最も望ましい傾斜角度θの範囲が存在し、その範囲は $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲となる。これにより単結晶シリコンの引上げ長さ、引上げに要する時間を短縮しつつ、単結晶シリコンインゴット20をスライスするときに発生する無駄な部分20aの量を抑えることができ、製造コストを総合的に最小にするこ

とができる。

【0044】

【発明の実施の形態】

以下図面を参照して実施の形態について説明する。本実施形態では、表面が{110}結晶面となっているシリコンウェーハ(<110>軸結晶)を製造する場合を想定して説明する。

【0045】

図1は実施形態の単結晶シリコンの製造方法を説明する図であり、種結晶(シード)1をシリコン融液6に浸漬して引き上げられる単結晶シリコンの上端部分を示している。

【0046】

すなわち単結晶引上げ用容器つまりCZ炉内に石英るつぼが設けられ、この石英るつぼ内でシリコンが加熱し溶融される。溶融が安定化すると、シードチャックに取り付けた種結晶1がシリコン融液6に浸漬され、シードチャックおよびるつぼを互いに同方向あるいは逆方向に回転しつつシードチャックが引上げられ単結晶シリコンが成長される。CZ法では種結晶1の長手軸方向9と引上げ方向とは一致する。本実施形態では種結晶1を融液表面6aに着液させた後に、単結晶シリコンの径を徐々に絞るネッキング処理(絞り処理)が施される。図1で種結晶1の下方の径が細くなっている部分が、ネッキング処理が施されたネッキング部2である。

【0047】

CZ法で単結晶シリコンを成長させる際に避けられない問題の1つに「すべり転位」がある。すべり転位は、1次元の結晶欠陥であり、種結晶1が融液6に着液したときの熱応力に起因して発生し、一定の方向に沿って伝播する。

【0048】

すべり転位が、成長した単結晶シリコンに取り込まれると、この単結晶シリコンに基づき製作される半導体デバイスの品質を低下させることになる。このためすべり転位は、これを除去する必要がある。

【0049】

本発明者らは、以下に述べるようにシリコン結晶におけるすべり転位発生のメカニズムを見いだし、すべり転位を除去する方法を発見するに至った。以下図5、図6、図7、図8を併せ参照して説明する。

【0050】

シリコン原子の結晶の配列構造は立方晶系の構造であり、図5は立方晶系の基本結晶方位を示している。同図に示すように各結晶方位 $<100>$ 、 $<010>$ 、 $<001>$ 、 $<110>$ 、 $<111>$ は、X-Y-Z座標系の原点を基点とする方位で定義される。同図5に示す斜線が $\{110\}$ 結晶面となる。

【0051】

図6はシリコン結晶7を斜視図にて示している。同図6に示す矢印10は、 $\{110\}$ 結晶面の法線方向たる $<110>$ 結晶方位であり、また矢印8は、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向である。

【0052】

本発明者らは、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向8に沿ってすべり転位が伝播することを発見するに至った。

【0053】

図7、図8は、CZ法を用いて単結晶シリコンを引き上げる際の種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9と、シリコン結晶7の $<110>$ 結晶方位10、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向8との関係を示している。

【0054】

図7を図面正面から見た方向は、図6の矢視A方向に相当しており、図8を図面正面から見た方向は、図6の矢視B方向に相当している。

【0055】

図7、図8に示すように、 $\{111\}$ 結晶面稜線方向8が種結晶1の軸方向9と一致するように、 $<110>$ 結晶方位10を種結晶1の軸方向9と一致させて種結晶1を引き上げたとすると、すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向に沿って伝播するため、すべり転位5を単結晶シリコンから除去することは困難である。種結晶1を融液表面6aに着液させた後に、単結晶シリコンの直径を徐々に絞るネッキング処理を施し、単結晶シリコンの径を相当絞ったとしても、結晶中心

部に転位が残存し易く、半導体デバイス不良の要因になる。

【0056】

そこで図2、図3に示すように、{111}結晶面稜線方向8が種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9に対して傾斜するように、<110>結晶方位10を種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9に対して傾斜させて種結晶1を引き上げる。これによりすべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し傾斜して伝播するため、すべり転位5がいずれ単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このためネッキング工程で単結晶シリコンの径を<100>軸結晶と同程度に絞れば、結晶中心部の転位を容易に除去することが可能になる。

【0057】

ここで、図2、図3はそれぞれ図7、図8に対応する図であり、CZ法を用いて単結晶シリコンを引き上げる際の種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9と、シリコン結晶7の<110>結晶方位10、{111}結晶面の稜線方向8との関係を示している。図2を図面正面から見た方向は、図6の矢視A方向に相当しており、図3を図面正面から見た方向は、図6の矢視B方向に相当している。

【0058】

図2と図3とでは、<110>結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して傾斜する向きが異なっている。図2は、図6に矢印11で示すように、<110>結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して傾斜する向きが、{110}結晶面に隣接する{111}結晶面の向き11になっている場合、つまり<110>結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位13を回転軸として回転する向き11になっている場合を示している。

【0059】

図3は、図6に矢印12で示すように、<110>結晶方位10が種結晶1の軸方向に対して傾斜する向きが、{110}結晶面に隣接する{100}結晶面の向き12である場合、つまり<110>結晶方位10に対して垂直な位置関係にある<100>結晶方位14を回転軸として回転する向き12である場合を示している。

【0060】

以下図2の実施形態について説明する。

【0061】

(種結晶の準備)

まず、図1に示すように、{111}結晶面稜線方向8が、軸方向9に対して傾斜するように(図2参照)、<110>結晶方位10が軸方向9に対して所定角度θだけ傾斜している種結晶1が用意される。この場合、図6に矢印11で示すように、<110>結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して所定角度θだけ傾斜する向きは、{110}結晶面に隣接する{111}結晶面の向き11、つまり<110>結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位13を回転軸として回転する向き11とされる。

【0062】

(転位網除去工程)

上記種結晶1をシードチャックに取り付け、種結晶1を多結晶シリコン融液6の表面6aに着液させる。すると着液時の熱ショックによって図2でハッチングにて示すように転位網が発生する。そこで着液後に、引き上げられる単結晶シリコンの径を徐々に絞り、転位網の転位密度を徐々に減少させる。転位網が除去されたときの単結晶シリコンの直径(以下最小直径)をd1とする。このように図1に示す転位網除去部3で、転位網が単結晶シリコンから除去される。

【0063】

(すべり転位除去工程)

転位網除去工程で単結晶シリコンから除去されていない転位が、すべり転位となって単結晶シリコンに残存している。

【0064】

そこで、つぎに単結晶シリコンの最小直径をd1に維持しつつ、更に長さd1/tanθだけ単結晶シリコンを成長させる。なお最小直径は概ねd1に維持されればよい。

【0065】

ここで前述したように、すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し所定角度θだけ傾斜して伝播するため、長さd1/tanθだけ単結晶シリコンを成長

させると、すべり転位5は単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このように図1に示すすべり転位除去部4で、すべり転位5が単結晶シリコンから除去される。この後は、無転位の単結晶成長工程に移行する。なおすべり転位除去工程では、単結晶シリコンの直径を概ね d_1 に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/t \tan \theta$ だけ単結晶シリコンを成長させればよく、長さ $d_1/t \tan \theta$ よりも長く単結晶シリコンを成長させてもよい。実験では単結晶シリコンの最小直径 d_1 を6mmに絞る程度で、すべり転位の除去が確認された。

【0066】

以上のようにネッキング工程で、一般的に引き上げられている<100>軸結晶の絞り部の直径と同程度に絞ることで、結晶中心部の転位を容易に除去することができる。太い径ですべり転位を除去できたため、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを容易に引き上げることができる。

【0067】

単結晶シリコンの最小直径 d_1 を6mm以下にすれば、すべり転位を高い確率で完全に除去できることが確認されている。このように従来、結晶中心部分に残存していたすべり転位を高い確率で、かつ完全に除去することができるため、単結晶取得率が大幅に向上する。従来の単結晶化成功率は10%であったが、本実施形態を適用したところ単結晶化成功率は95%に向上した。

【0068】

(インゴット製造工程)

すべり転位除去工程に続く工程では、更に種結晶1が引き上げられ、図4(a)に示す単結晶シリコンインゴット20が製造される。すなわち肩作り工程を経てトップ部22が形成され、直胴工程を経て直胴部21が形成され、テール工程を経てテール部23が形成される。

【0069】

(スライス工程)

つぎに単結晶シリコンインゴット20を、<110>結晶方位10に対して垂直な方向にスライスして、図4(b)に示すように、表面が{110}結晶面となっている単結晶シリコンウェーハ30、つまり<110>結晶方位が表面の法

線方向になっている単結晶シリコンウェーハ30（<110>軸結晶）が取り出される。

【0070】

ところで、特に単結晶シリコンインゴット20を、<110>結晶方位10に対して垂直な方向にスライスしてウェーハ30を取り出すと、後段のエピタキシャル成長工程でガスをウェーハ30上に導入したとき表面が荒れるおそれがある。そこで、これを避けるために単結晶シリコンインゴット20を、<110>結晶方位10に対して垂直になる角度から1～2度程度僅かにずらした角度でスライスすることが高品質のウェーハを製作する上で望ましい。なお単結晶シリコンウェーハ上にエピタキシャル層を設けたウェーハを製造する場合に限らず、その他製品の仕様によっては、角度をずらしてスライスすることで高品質のウェーハを製作することができる場合がある。

【0071】

以上のように取り出された単結晶シリコンウェーハ30を用いて半導体デバイスを製造したところ、従来、シリコンウェーハ30の面内中央部に残存していたすべり転位が完全に除去されているため、デバイス製作時の歩留まりが大幅に向上した。

【0072】

つぎに、<110>結晶方位10が軸方向9に対して傾斜する角度θの望ましい範囲について考察する。

【0073】

傾斜角度θが小さく浅いと、図1に示すすべり転位除去部4が長くなる。CZ炉の高さには制限があることから引き上げられる単結晶シリコンの長さはその分短くなる。また転位除去部4が長くなればなる程、製品とはならない部分の引上げに時間を要し生産効率が損なわれる。このため傾斜角度θは、単結晶シリコンの引上げ工程を考慮すると、大きい程よい。

【0074】

これに対して傾斜角度θが大きくなればなる程、図4に示すように、有用な単結晶シリコンウェーハ30以外の無駄な部分20a（斜線で示す）が大きくなり

、歩留まりが低下する。このため傾斜角度 θ は、インゴット20をスライスする工程を考慮すると、小さいほどよい。

【0075】

したがって単結晶シリコンの引上げとインゴット20のスライスの両方を考慮したとき最も望ましい傾斜角度 θ の範囲が存在し、その範囲は $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲であることが実験的に確かめられた。その理由は以下のとおりである。

【0076】

まず傾斜角度 θ が 0.6° 未満の場合を想定する。種結晶1を融液6に接触させ、径を絞ることによって転位網を除去するには転位網除去部3として長さ100mm程度を要する。転位網除去部3の最小直径 d_1 を3mmとした場合、傾斜角度 θ が 0.6° 未満では、つぎのすべり転位除去部4の長さは、 $d_1 / \tan \theta = 3 / \tan 0.6^\circ$ より、約290mmとなり、290mmを超える。したがって転位網除去部3の長さ100mmと併せてネッキング部2全体で390mmを超える絞り長さが必要となる。通常の絞り長さが200mm以内であることから、製造可能な単結晶シリコンの長さが少なくとも190mmを超えて短くなってしまい製造コストの上昇を招く。転位網除去部3で最小直径 d_1 を3mm以下にすれば多少絞り長さを短縮することはできるが、最小直径 d_1 を3mm以下にすると大重量のインゴットを引き上げることができなくなる。したがって傾斜角度 θ の下限は 0.6° とされる。

【0077】

つぎに傾斜角度 θ を 10° が超えたときを想定する。このような傾斜角度 θ で製造された単結晶シリコンインゴット20を4つのブロックに切り分けようすると、直径が200mmのシリコンウェーハ30の場合、図4において無駄な部分20aの長さは、 $200 \times \tan 10^\circ \times 4$ で求められ約141mmとなる。これは重量で約10kgに相当する。1つの単結晶シリコンインゴット20で重量10kgは歩留まりロスの限界である。

【0078】

以上のように傾斜角度 θ は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲であることが望まし

い。

【0079】

つぎに図3に示すように、 $<110>$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向に対して所定角度 θ だけ傾斜する向きが、図6に示す{110}結晶面に隣接する{100}結晶面の向き12である場合、つまり $<110>$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある $<100>$ 結晶方位14を回転軸として回転する向き12である場合の実施形態について説明する。

【0080】

(種結晶の準備)

まず、図1に示すように、{111}結晶面稜線方向8が、軸方向9に対して傾斜するように(図3参照)、 $<110>$ 結晶方位10が軸方向9に対して所定角度 θ だけ傾斜している種結晶1が用意される。この場合、図6に矢印12で示すように、 $<110>$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して所定角度 θ だけ傾斜する向きは、{110}結晶面に隣接する{100}結晶面の向き12、つまり $<110>$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある $<100>$ 結晶方位14を回転軸として回転する向き12であるとされる。

【0081】

以下の(転位網除去工程)、(すべり転位除去工程)、(インゴット製造工程)、(スライス工程)は、図2に示す実施形態と同様であるので説明を省略する。本実施形態においても、図2に示す実施形態と同様の効果が得られる。

【0082】

ただし図2に示す実施形態がオリエンテーションフラットやノッチ加工を施す上で望ましい。その理由を以下説明する。

【0083】

半導体素子用結晶には、特定の結晶方位を表すオリエンテーションフラットやノッチを加工する必要がある。これらオリエンテーションフラットやノッチは、ウェーハ状に加工した結晶についてその結晶方位を示す印となり、半導体素子製造時の基準として使用される。

【0084】

通常、これらオリエンテーションフラットやノッチは、スライスしてウェーハ状に加工する前のインゴット20の状態で行われ、大抵の場合、これを行う加工機には、結晶の外周部の凹凸を除去する機構、結晶方位を検出する機構、検出された方位に基づいてオリエンテーションフラットやノッチを加工する機構が備えられている。

【0085】

結晶方位を検出する方法としては、X線回折法が主流である。X線回折法によって結晶方位を検出する場合、{110}面と平行な{220}面を回折面として使用するのが一般的である。これは<110>軸結晶以外の<100>軸結晶や<111>軸結晶でも同じである。

【0086】

X線回折法は、結晶にX線を照射させながら、結晶引上げ軸を回転中心として結晶を回転させ、X線の回折ピークを検出することで{220}面を検出する、という手順で行われる。このとき<110>結晶方位10が隣接する{111}結晶面の向きに傾斜されると、つまり<110>結晶方位10が、その<110>結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位13を回転軸として回転する向きに傾斜されると、結晶方位を検出する際にX線の回折面として使用する{220}面は、他の<100>軸結晶や<111>軸結晶における{220}面と平行な位置関係になるので、他の<100>軸結晶や<111>軸結晶で使用されている通常の加工装置をそのまま共用することができる。

【0087】

これに対して上記向き以外に<110>結晶方位10を傾斜させた場合、たとえば図3の実施形態のように、<110>結晶方位10を、{110}結晶面に隣接する{100}結晶面の向き、つまり<110>結晶方位10に対して垂直な位置関係にある<100>結晶方位14を回転軸として回転する向きに傾斜させた場合には、そのときの{220}面は他の<100>軸結晶や<111>軸結晶面における{220}面とは平行関係にならなくなる。平行関係がないということは、X線の回折方向が両者で異なることを意味する。したがってX線回折

装置の位置を変更したり、複数台のX線回折装置を用意したり、専用の加工機そのものを別途用意したりするなどの対処が必要となり、製造コストが上昇する。

【0088】

以上のような理由からオリエンテーションフラットやノッチの加工に要するコストを抑える点で、図2の実施形態が望ましい。

【0089】

上述した実施形態には、種々の変形が可能であり、以下に述べる技術を上述した実施形態に更に適用してもよい。

【0090】

(種結晶の予熱)

種結晶1が融液6に着液するときに発生する熱応力に起因してすべり転位が発生することから、着液時の熱応力を低くすれば、すべり転位が種結晶1中に導入されない方向に向かう。

【0091】

そこで、着液前の種結晶1の先端の温度と融液6との温度差 ΔT が縮小されるように、種結晶1を着液前に予熱する。これにより種結晶1が融液6に着液したときに発生する熱応力が低くなり、融液6に接触することで接触界面から下方向へ発生する転位密度が、予熱しない場合よりも低くなる。この結果すべり転位の種結晶1への導入を、予熱しない場合と比較して抑制することができる。また予熱しない場合と比較してすべり転位の導入が抑えられるので、その分転位網除去部3の最小直径 d_1 を、太くすることができる。実験では、種結晶1を予熱しておけば、最小直径 d_1 を8mmまで太くしたとしても、すべり転位5を完全に除去できることが確認された。

【0092】

(種結晶に不純物添加)

文献「K.Hoshikawa,X.Huang,T.Taishi,et.al., "Dislocation-Free Czochralski Silicon Crystal Growth without the Dislocation-Elimination-Necking Process", Jpn.J.Appl.Phys.vol.38(1999)pp.L1369-L1371」によれば、「育成される結晶に転位を導入しない条件として、シード中に必要なボロン(B)の濃度は1E

18atoms/cm³以上である」という実験結果が開示されている。

【0093】

そこで、種結晶1に不純物としてボロン（B）を添加し、望ましくはその不純物濃度を1E18atoms/cm³以上にする。これによりすべり転位の種結晶1中への導入が抑制される。また不純物を添加しない場合と比較してすべり転位の導入が抑えられるので、その分転位網除去部3の最小直径d1を、太くすることができる。なお不純物としてはボロン（B）以外に、ゲルマニウム（Ge）、インジウム（In）を種結晶1に添加する実施も可能である。

【0094】

なおまた上述した（種結晶の予熱）、（種結晶に不純物添加）という技術を、傾斜角度θが零の場合に適用してもよい。すなわち表面が{110}結晶面となる(<110>結晶方位が表面法線方向となる)単結晶シリコンウェーハ30を製造するに際して、<110>結晶方位が軸方向9と一致している（傾斜角度θが零の）種結晶1を用い、この種結晶1に、上述したように着液前に予熱を施すか、不純物を添加する実施も可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】

図1は実施形態の種結晶を用いて単結晶シリコンを製造する工程を説明する図である。

【図2】

図2はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

【図3】

図3はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

【図4】

図4(a)、(b)は単結晶シリコンインゴットをスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出す様子を説明する図である。

【図5】

図5は立方晶系の基本結晶方位を示す斜視図である。

【図6】

図6のシリコン結晶の構造を示す斜視図である。

【図7】

図7はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

【図8】

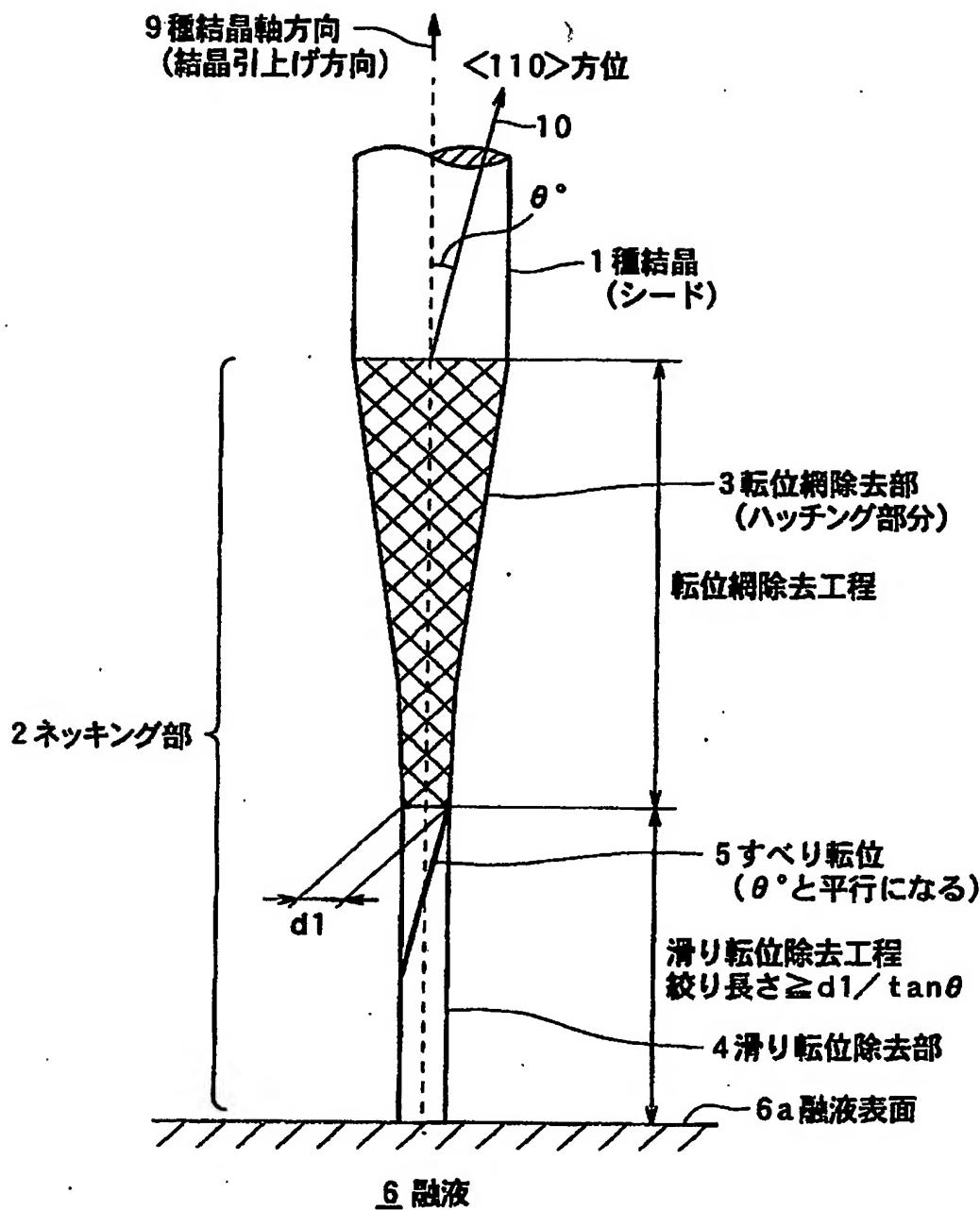
図8はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

【符号の説明】

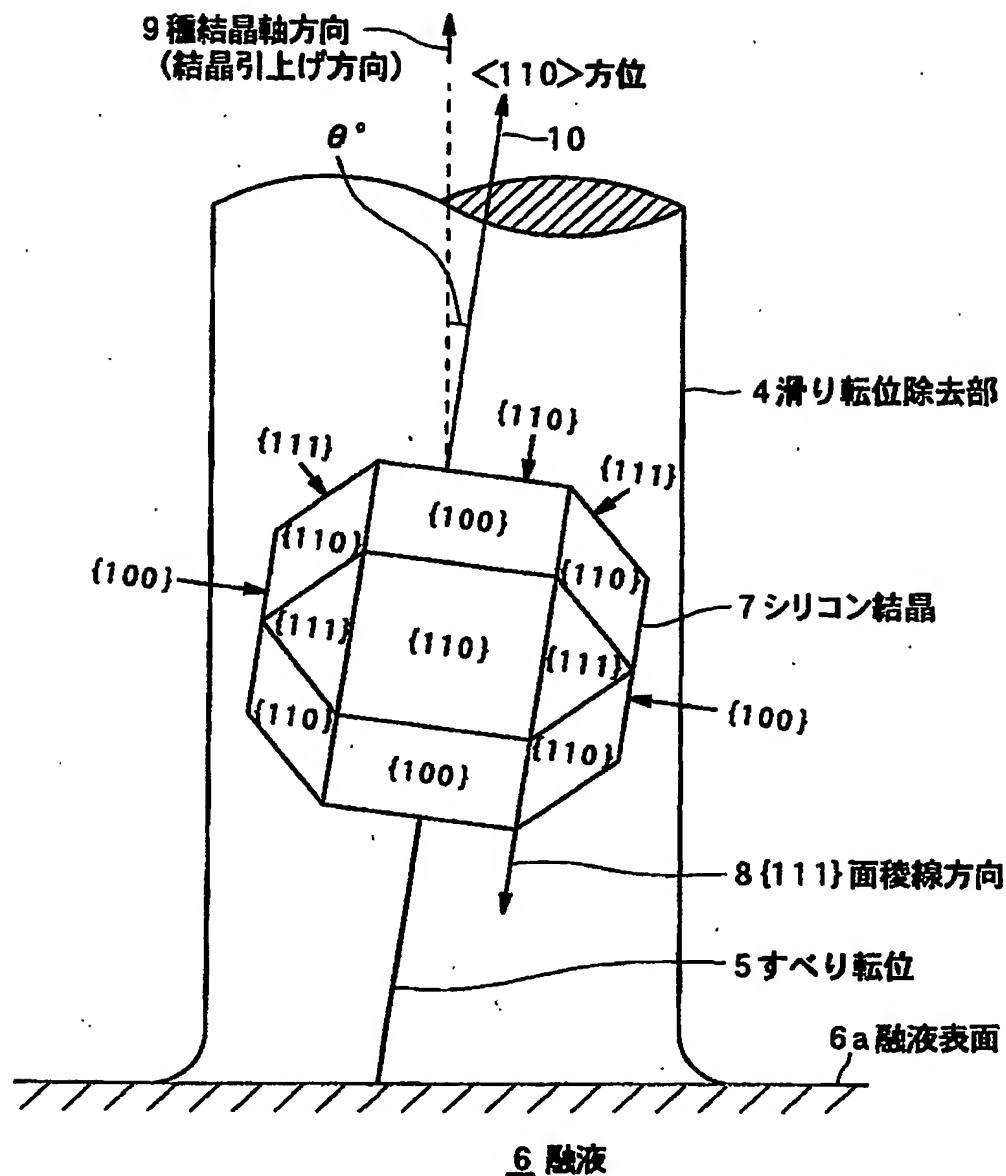
- 1 種結晶
- 2 ネッキング部（単結晶シリコン）
- 3 転位網除去部
- 4 すべり転位除去部
- 5 すべり転位
- 6 融液
- 7 シリコン結晶
- 8 {111} 面稜線方向
- 9 種結晶方向（結晶引上げ方向）
- 10 <110>結晶方位
- 11、12 傾斜の向き
- 20 単結晶シリコンインゴット
- 30 単結晶シリコンウェーハ

【書類名】 図面

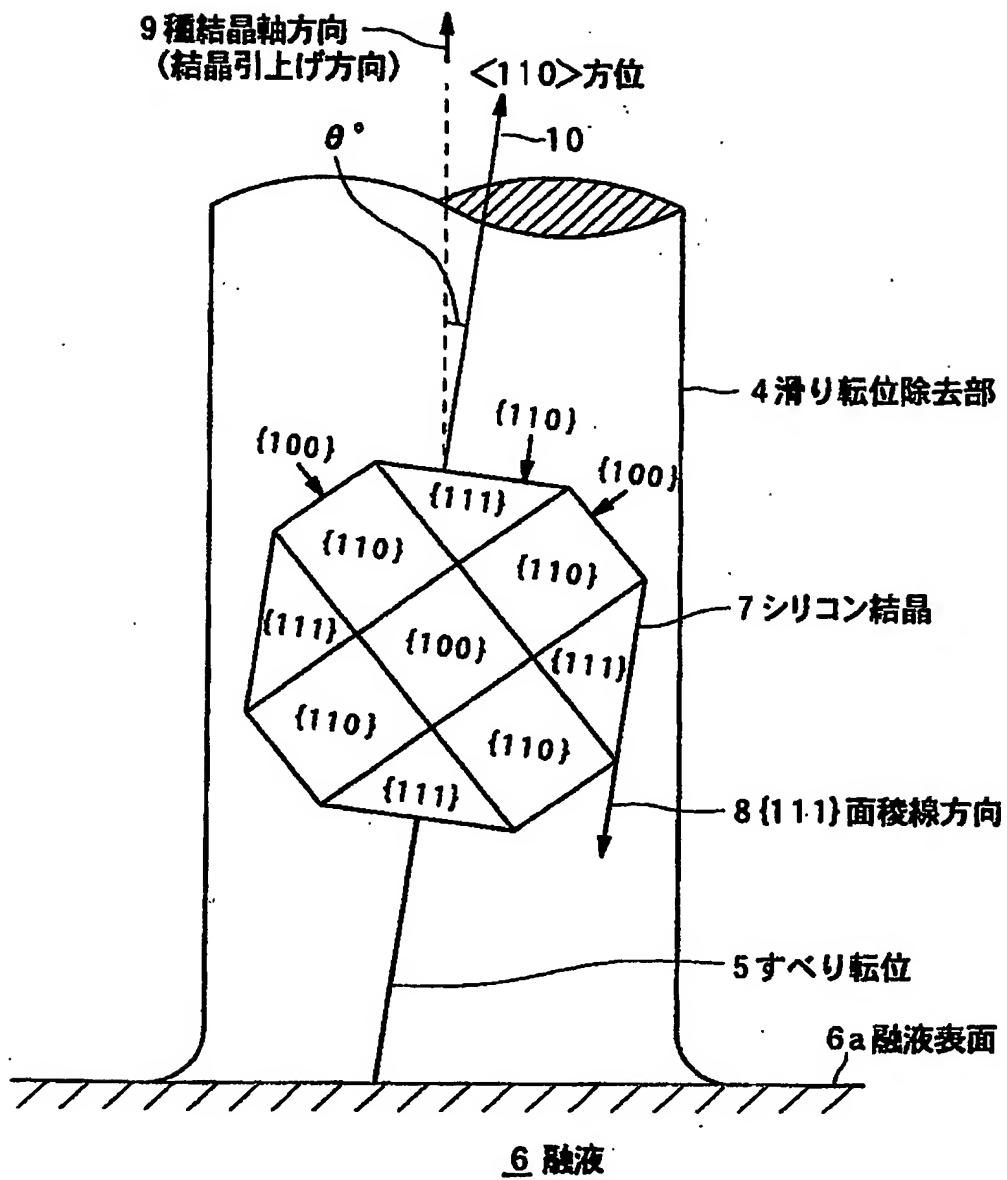
【図1】



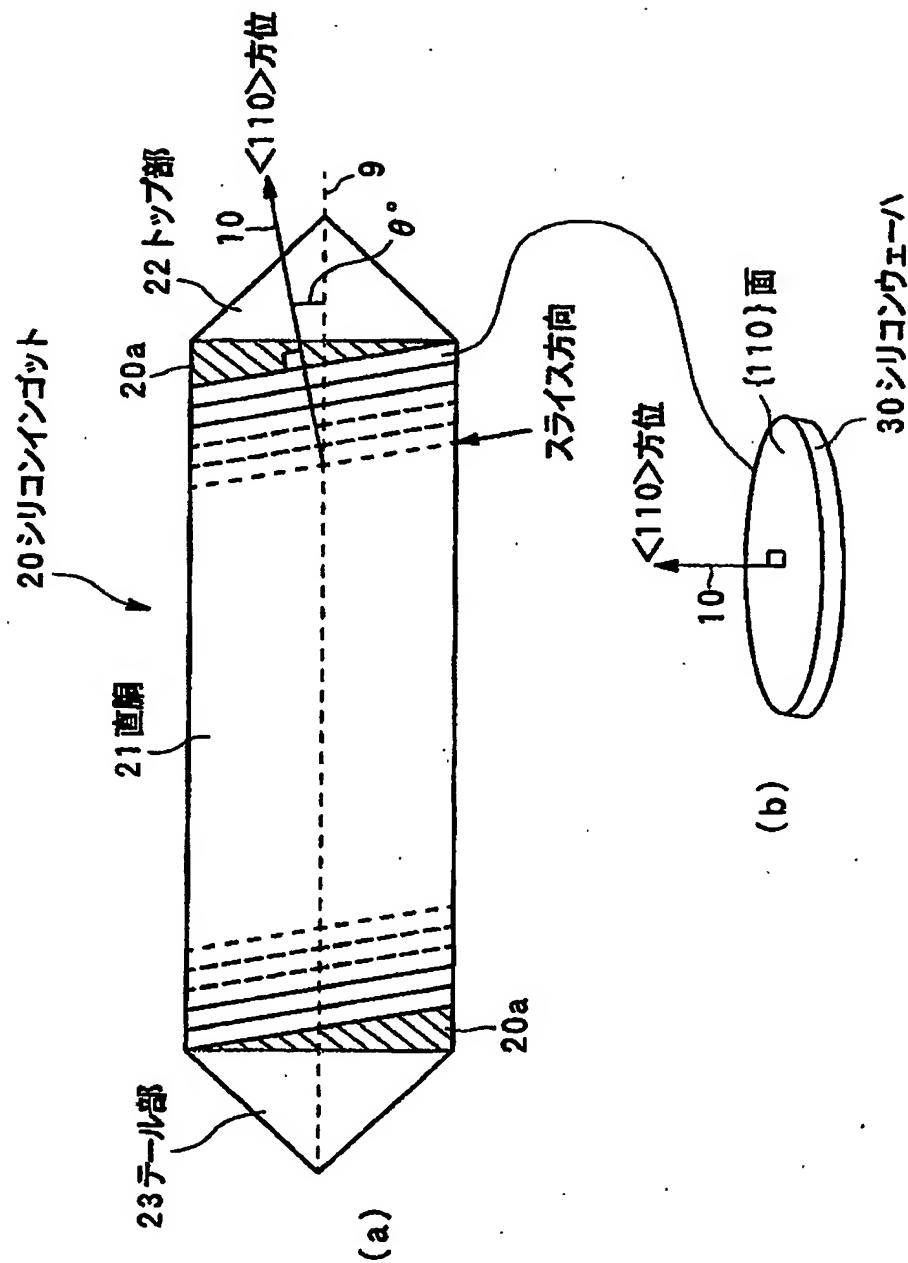
【図2】



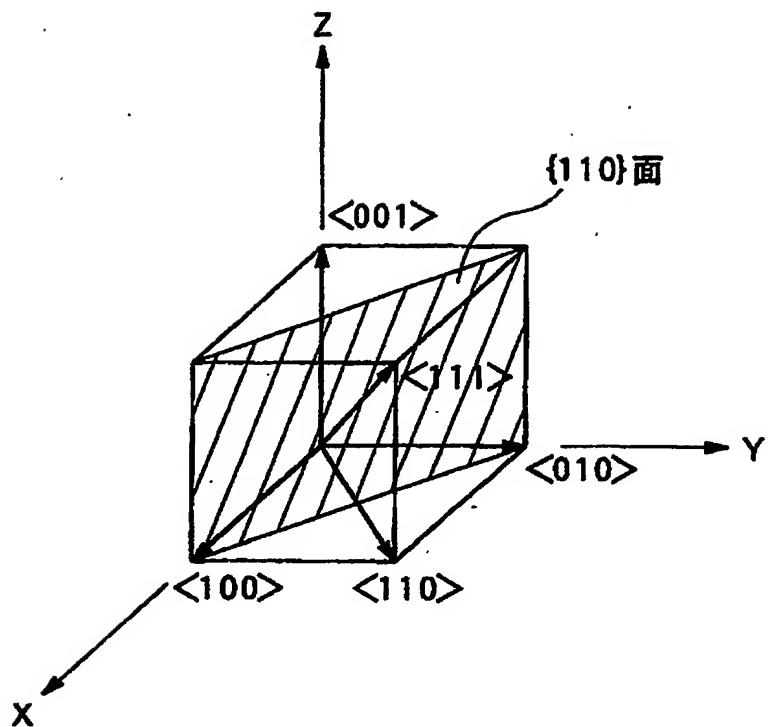
【図3】



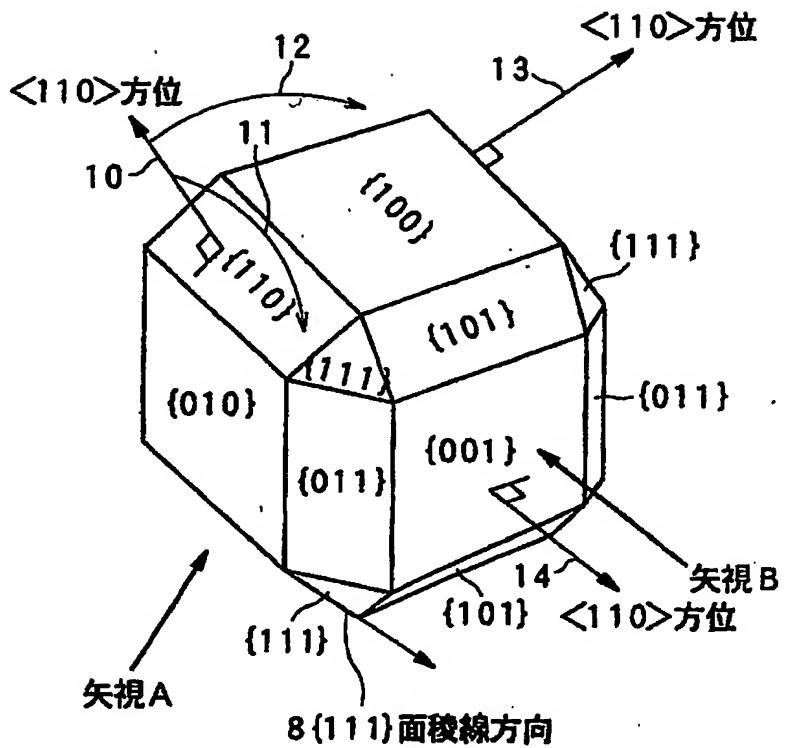
【図4】



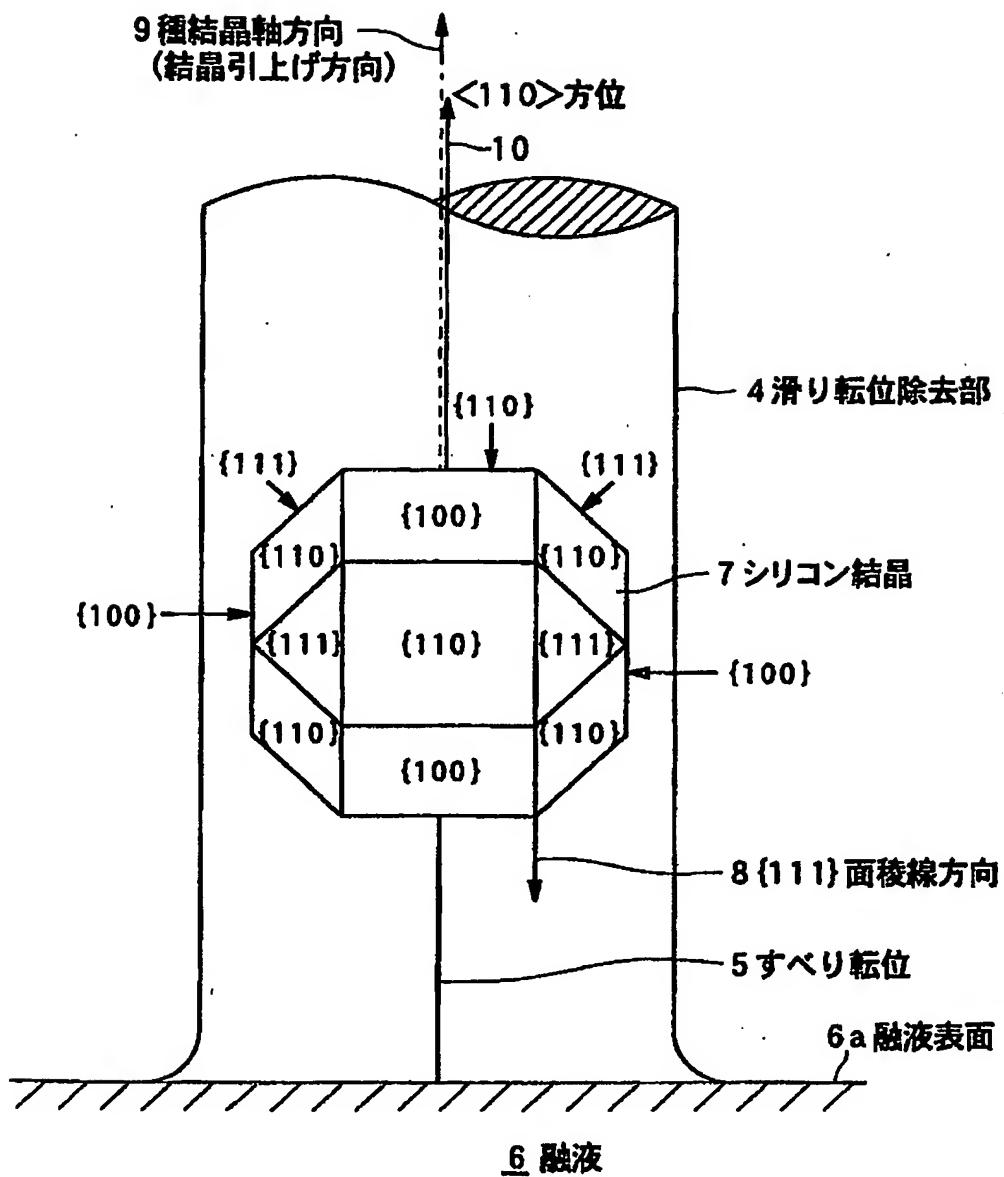
【図5】



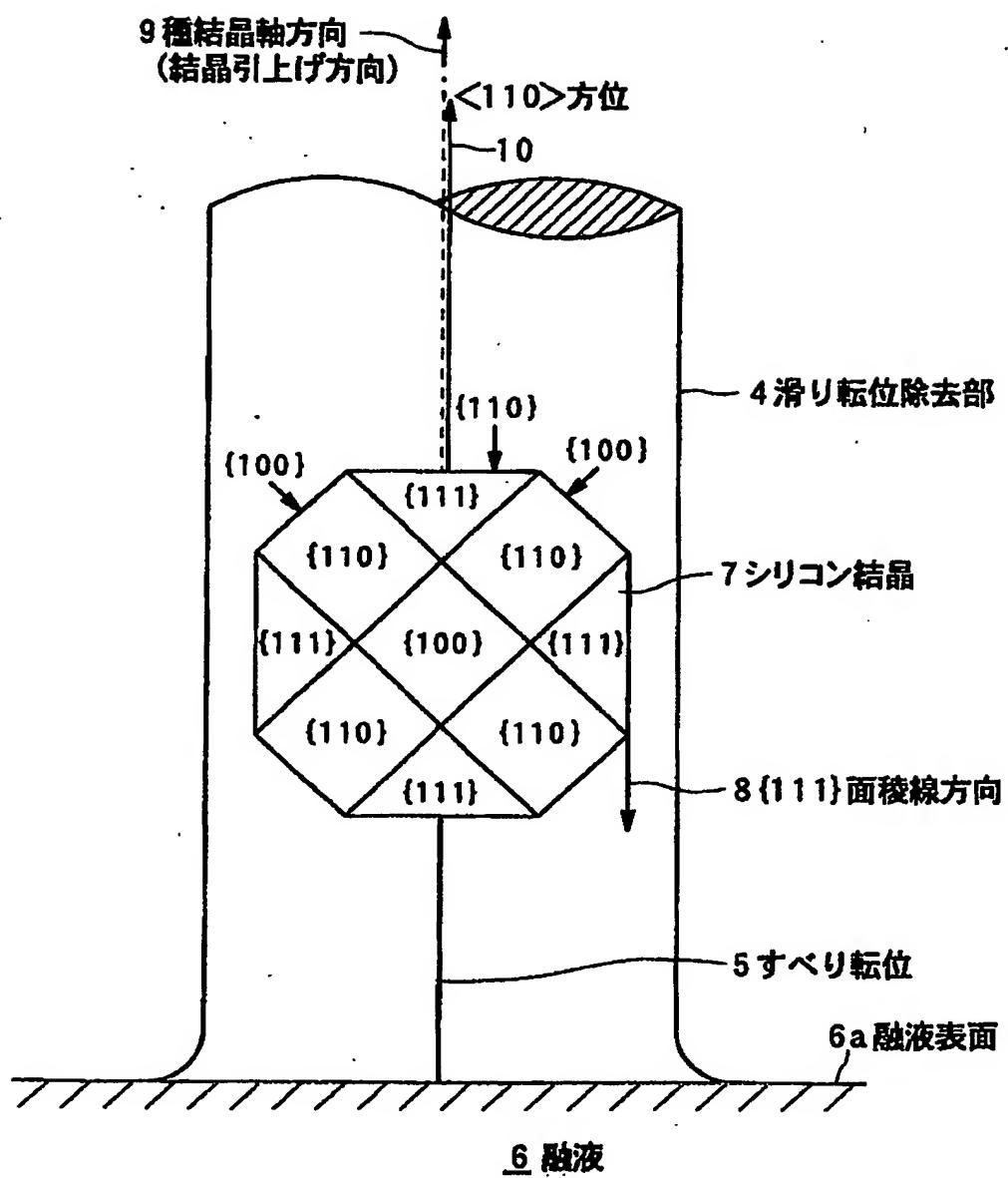
【図6】



【図7】



【図8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

CZ法で種結晶を引上げ单結晶シリコンを成長させるに際して、太い径ですべり転位を除去できるようにすることによって、大口径、大重量の单結晶シリコンインゴットを引き上げができるようになる。

【解決手段】

{111} 結晶面の稜線方向8が軸方向9に対して傾斜するように、<110>結晶方位10が軸方向9に対して所定角度θだけ傾斜している種結晶1を用いて单結晶シリコンが製造される。

【選択図】 図2

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-118281
受付番号	50200577532
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年 4月26日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 4月19日
【特許出願人】	
【識別番号】	000184713
【住所又は居所】	神奈川県平塚市四之宮3丁目25番1号
【氏名又は名称】	コマツ電子金属株式会社
【代理人】	
【識別番号】	100071054
【住所又は居所】	東京都中央区湊1丁目8番11号 千代ビル6階 木村内外国特許事務所
【氏名又は名称】	木村 高久
【代理人】	
【識別番号】	100106068
【住所又は居所】	東京都中央区湊1丁目8番11号 千代ビル6階 木村内外国特許事務所
【氏名又は名称】	小幡 義之

次頁無

出願人履歴情報

識別番号 [000184713]

1. 変更年月日 2001年 2月15日

[変更理由] 住所変更

住 所 神奈川県平塚市四之宮3丁目25番1号

氏 名 コマツ電子金属株式会社